# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

58-130546

(43) Date of publication of application: 04.08.1983

(51)Int.CI.

H01L 23/12 C04B 41/06 H01L 23/08

(21)Application number: 56-209991

28.12.1981

(71)Applicant: IBIDEN CO LTD

(72)Inventor: ENOMOTO AKIRA

YAMAUCHI HIDETOSHI TANIGAWA SHOJI

# (54) SILICON CARBIDE SUBSTRATE AND MANUFACTURE THEREOF

(57)Abstract:

(22)Date of filing:

PURPOSE: To obtain an IC substrate or a package with high thermal conductivity having a good adhesion insulating film werein the eutectic product oxide of SiO2, Al2O3 is the main constituent.

CONSTITUTION: When an SiC sintered body is treated by an oxidation under the presence of Al oxide such as alumina sol, Al2O3 becomes eutectic with SiO2 generated by the oxidation of SiC. When the amount of sol coating is adjusted, and thus the mol ratio of Al2O3/SiO2 is kept at 0.024W1.8, a uniform and dense insulation film without pinholes can be obtained. The addition of any of Na2O, MgO, CaO, etc. at 60% or less particularly at 30% or less converted into the mol amount of oxides causes the melting point of the insulation film to descend and promotes the eutectic formation resulting in the improvement of the adhesion to the SiC sintered body. The thickness of a substrate is selected at 0.1W 30mm, and the thickness of the insulation film is determined at approx. 0.5W25µm in order to obtain better efficiency.

### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

# ⑩ 日本国特許庁 (JP)

①特許出願公開

# ⑫公開特許公報(A)

昭58—130546

⑤ Int. Cl.³
 H 01 L 23/12
 C 04 B 41/06
 H 01 L 23/08

識別記号

庁内整理番号 7357—5 F 8216—4 G 7738—5 F **砂公開** 昭和58年(1983)8月4日

発明の数 2 審査請求 未請求

(全 6 頁)

## 母炭化珪素質基板およびその製造方法

②特 願 昭56-209991

願 昭56(1981)12月28日

②発 明 者 榎本亮

大垣市荒尾町26番地3号

⑩発 明 者 山内英俊

岐阜県安八郡神戸町大字西穂8番地1号

⑫発 明 者 谷川庄司

大垣市入方町1丁目28番地

⑪出 願 人 揖斐川電気工業株式会社

大垣市神田町2丁目1番地

個代 理 人 弁理士 村田政治

#### 剪細

### 1. 発明の名称

20出

炭化珪素質基板なよびその製造方法

## 2. 将許請求の範囲

- / 像化アルミニウムと二酸化珪栄との共融生成 酸化物を主成分とする密着性に優れた絶縁性表面 被膜を有する炭化珪素質等板。
- → 前配二酸化珪素は主としても板を構成する炭化珪素の酸化によって生成した二酸化珪素である 等許請求の範囲第1項配載の基板。
- 3. 前配絶線性被膜の腹厚は 0.5~ 25 pm の範囲 内である特許請求の範囲第 1 あるいは 2 項記載の 基板。
- 4 前配絶線性被膜に含有される酸化アルミニウムと二酸化珪素は AL2O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> モル比が 0.024 ~ <u>のいずれかに</u> 18 の範囲内である 特許請求の 点囲第 1 ~ 3 項配 数の事板。
- よ 前紀絶縁性被膜は前記主成分である共融生成像化物のほかに融点降下剤を含有する特許請求の 絶断第1~4項のいずれかに配収の基板。

- 4 前記融点降下剤はアルカリ金貨酸化物あるいはアルカリ土類金貨酸化物のいずれか少なくとも 1 額である特許請求の範囲第5項記載の基板。
- 2 前配絶像性被膜中に含有される融点降下剤の含有モル百分率は 60 多以下である特許請求の範囲第5 あるいは 6 項記載の基板。
- 』 前記差板の厚さは 0.1~30 mm の範囲内である特許請求の範囲第1~7項のいずれかに記載の 差板。
- /4 前記載化性雰囲気中における加熱温度は 750~1650 で の範囲内である特許請求の範囲第 9 項記載の製造方法。

//、前記絶縁性被膜の膜厚は 0.5~ 25 μm の範囲 内である特許請求の範囲第 9 あるいは 10 項記載の 製造方法。

ノス 前紀アルミニウム含有物はアルミナザル、金属アルミニウム、アルミニウム含有合金、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、アルミン酸塩、アルミノ生酸塩、リン酸アルミニウムあるいは酢酸アルミニウムのなかから選ばれるいずれか少なくとも1種である特許請求の範囲第9~11項のいずれかに配載の製造方法。

13. 前記アルミニウム含有物の資布質は酸化アルミニウムに換算して 0.004 ~ 2.9 mg/cm² の 範囲内である特許請求の範囲第 9 ~ 12 項のいずれかに記載の製造方法。

/#. 前配融点降下剤はアルカリ金属含有物あるいはアルカリ土類金属含有物のいずれか少なくとも 1 植である特許請求の範囲第9~13 項のいずれか 1 化記載の製造方法。

/s 前配触点降下剤の歯布量は骸化物に換算して 5 mg/cm<sup>2</sup> 以下である特許請求の範囲第 9~14 項の

て大きな険者となっている。

前記問題を解決する材料としては、従来よりべりりであるいはホーロー等の材料が検討されている。しかしながら、前者のべりりではそのべりりである欠点を有し、一方後者のホーローは金銭板である欠点を有し、一方後者のホーローは金銭板を終めとするため無彫扱率が大きく、またフリットがドグポーン構造になり易く、さらに印刷してからの切断が困難であるはかりでなく、ホーローにクラックがはいるのでレーザートリミングができない欠点があった。

上述の如く、従来知られた基板はいずれも様々 の欠点を有していた。

本発明は前配欠点を解決することのできる基板、 すなわち高い熱伝導率を有し、高集機回路用基板 あるいは I C パッケージ用材料として極めて優れ た特性を有する基板を提供することを目的とする

本発明によれば、後化ナルミニウムと二酸化珪素との共融生成酸化物を主成分とする密着性に優

いずれかに記載の製造方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

本発明は、集積回路用基板あるいは 1 C パッケージ用材料としての炭化珪素質基板およびその製造方法に係り、特に、極めて安定した絶縁抵抗性を有する酸化アルミニウムと二酸化珪素との共融生成酸化物を主成分とする酸化物被膜を形成させた炭化珪素質基板およびその製造方法に関する。

れた絶縁性表面被膜を有する炭化珪素質基板およびその製造方法を提供することによって前配目的を達成することができる。

次化本発明を詳細に説明する。

上述の如き観点に基づき、本発明者らは炭化珪 集焼結体を基板として通用すべく、炭化珪素質基 板に電気絶縁性を付与する方法を値々研究した。

ところで、本発明者らは、前配炭化珪業焼納体 に電気絶縁性を付与するために、炭化珪素焼給体 の表面に電気絶縁性物質、例えば酸化物よりたる ガラス質物質等を盘布し、触滑することによって 電気絶象性被膜を形成する手段あるいは炭化症素 焼結体を酸化せしめ、焼結体表面に二酸化珪素を 生成させ、前配二酸化珪素よりなる電気絶縁性被 膜を形成する手段を試みた。しかしながら、前者 の手段によれば炭化珪素焼結体と酸化物との濃れ 性が極めて悪く、また酸化物破膜は密消性に劣り 剝離し易く、しかもピンホール等の欠陥が生じ島 く権めて信頼性が低かった。一方後者の手段によ れば炭化珪素焼精体の表面を均一に酸化させると とが困難で悪化膜の厚さが不均一になり易く、ま た生成する二酸化珪素は主としてクリストパライ ト結晶を生成するため均一で緻密を被膜を形成す ることが困難で、安定した電気絶縁性を有する被 膜を得ることが困難であった。

よって本発明者らは、前記緒欠点を解決すると

本発明によれば、約記絶験性被膜中に含有される酸化アルミニウムと二酸化建業は AL2O2/SiO2 モル比が 0.024 ~ 1.8 の範囲内であることが好ましい。その理由は前記 AL2O2/SiO2 モル比が 0.024 より小さいと炭化母素の酸化によって生成する二酸化母素のクリストパライト化を防止する効果が不充分となり、均一で緻密な被膜を得ることができず、安定した電気絶縁性を得難いからであり、一方 1.8 より大きいと破膜の触点が高く、均一な呼さの被膜となすことが困難であるばかり

とのできる安定した電気絶縁性を有する被膜の形成方法についてさらに研究を積々行なった結果、 酸化アルミニウムを共存させた酸化性雰囲気中で 炭化珪素焼結体表面を酸化せしめ、二酸化母素を 主成分とし、酸化アルミニウムを含有する酸化物 を主体とする絶縁性被膜を形成することによって、 創配欠点を解決することのできることを新規に知 見し、本発明を完成した。

すなわち、炭化症素焼結体を酸化して表面に絶 鉄性被膜を形成せしめるに際し、酸化アルミニウ ムの存在下で炭化珪素焼結体を酸化処理せしめる とによって、極めて動布で密着性に優れた絶像 性の酸化アルミニウムと二酸化珪素との共融生成 酸化物を主体とする被膜を有する炭化珪素糖結体 を製造することに想到し、高集積回路用基板として で優れた特性を有する基板を得た。

本発明によれば、前配船最性被膜は酸化アルミニウムと二酸化珪素との共融生成酸化物を主成分とすることが必要である。前配酸化アルミニウムは炭化珪素の酸化によって生成する二酸化珪素と

でなく、被膜と炭化珪素焼結体との熱膨張率の差が大きくなるため、被膜が剥離し易くなるからであり、なかでも 0.05 ~ 1.0 の範囲内で乗も好道な結果が得られる。

本発明によれば、前配絶操性被膜の融点を降下させて共融化を促進し、炭化珪素焼結体との密着性を向上させるために融点降下剤を含すて、力り金銭酸化物あるいはアルカリ土類金銭酸化物あるいはアルカリ土類金銭をして、前間であることが好ましく、特に高い絶縁性を必要とする場合には30多以下が好適である。

前記アルカリ金属酸化物としては例えば酸化リテクム、酸化ナトリウム、酸化カリウムが有利であり、またアルカリ土類金属酸化物としては例えば酸化ペリリウム、酸化マグネシウム、酸化カルシウムが有利であり、なかでも酸化マグネシウムあるいは酸化カルシウムが最適である。

本発明によれば、前配絶縁性被膜はリン、ホウ

業、ゲルマニウム、ヒ業、アンチモン、ピスマス、パナジウム、亜鉛、カドミウムあるいは鉛等の酸化物を含有するとともできる。

本発明によれば、前記絶談性被膜の膜厚は 0.5 ~ 25 μm の範囲内であることが好ましい。その現由は前記絶縁性被膜の膜厚が 0.5 μm より薄いとの 総縁性を安定して得ることが困難で信頼性に乏しく、一方 25 μm より厚いと絶縁性被膜と炭化化 ま 栄 結体との 熱膨緩率の 差による 能物 がで なん ない かん 海性が 労化する を板となすことが 困難になる からであり、 1.0 ~ 15 μm の範囲内が 域 道である。

本発明によれば、前記基板の厚さは 0.1 ~ 30 の範囲内であることが好ましい。その理由は 基板の厚さは 電子部品の小型化を進めたり、 放無性を向上せしめる上でなるべく薄いことが好ましいが、 その厚さが 0.1 mm より薄いと、 基板自体の 強度が弱くなり 基板として使用することが 困難であり、また 30 mm より厚いと電子部品の小型化が出

酸化アルミニウムと二酸化母素との共験生成酸化 物を主成分とする絶象性被膜が生成される。

本発明によれば、前紀アルミニウム含有物は前 紀巻練性被膜が形成される際の酸化性雰囲気中で 酸化アルミニウムとなるものであり、その益布量 は前記絶縁性被膜の腰厚を 0.5~25 μm 、酸化ア ルミニウムと二酸化珪素のAL2O3/8iO2 モル比を 0.024~1.8の範囲内とするために酸化アルミニ ウム化換算して 0.004~2.9 mg/cm2 の範囲内とす ることが好ましい。的記アルミニウム含有物とし ては例えばアルミナナル、金属アルミニウム、ア ルミニウム含有合金、酸化アルミニウム、水酸化 アルミニウム、アルミン酸塩、アルミノ珪酸塩、 リン酸アルミニウムあるいは酢酸アルミニウムか **ら週ばれるいずれか少たくとも1種を使用すると** とが好ましく、特化アルミナナルは前配絶線性被 膜が形成される際に極めて象細で反応性の高い酸 化アルミニウムを供給することができるため散る 好ましい。

本発明によれば、前配触点降下剤としてはアル

難であるばかりでなく、基板に要する費用が高く なるため不経済であるからである。

次に本発明の絶殺性被膜を有する炭化珪素質 巻板の電気的特性について説明する。

通常、日本工業規格(JIS-C-5012-7.3)に 基づいて測定される炭化珪素焼結体の電気抵抗値 は印加電圧が 25 V の場合で約 10  $^{5}\Omega$ 以下と低く、 素板として適用し難いが、本発明の絶解性被膜を 有する炭化珪素質等板の絶縁抵抗値は印加電圧が 25 V の場合で  $2\times10^{3}\Omega$ 以上、印加電圧が 100 V の場合で  $1\times10^{3}\Omega$ 以上であり、さらに日本工業規格(JIS-C-2110-8.3)に基づいて測定される 耐電圧は約 0.2  $\mathbb{R}^{7}$ 以上と基板として適用するに極めて適した特性を有するものである。

次に、本発明の炭化珪素質等板の製造方法について説明する。

本発明によれば、炭化珪素焼結体表面にあらか じめアルミニウム含有糖と必要により添加される 融点降下剤とを塗布し、次いで酸化性雰囲気中で 加熱して炭化珪素焼結体表面を酸化せしめると、

カリ金属含有物あるいはアルカリ土類金属合有物あるいはアルカリ金属合有物あるいはアルカリ金属合有物をととも1種を使用することがカリカのい。前配アルカリ金属合有物は前配絶縁性被膜が形成なアルカ 開気 中でアルカリ金属あるいが かっととが最もいいない がいまれる。前配アルカリ金属合有物あるいはアルカリカム、マグネシカムの酸化物となるものである。ないは混合して使用するととができる。いは混合して使用するととができる。いは混合して使用するととができる。いは混合して使用するととができる。いは混合して使用するととができる。

本発明によれば、前記機化性雰囲気中における加熱温度は 750~1650 C の範囲内とすることが好ましい。前記温度が 750 C より低いと炭化珪率焼結体の酸化速度が著しく遅く実用的でないからであり、一方 1650 C より高いと炭化珪素焼結体の酸化速度が著しく速く目的とする膜壁に制御することが困難であるばかりでなく炭化珪素の酸化

### 特開昭58-130546(5)

によって生ずる CO ガス等によって被膜と炭化珪 業焼結体の間に気息が生成するため均一で密着性 の良好な酸化物被膜を得ることが困難であるから である。

本発明によれば、前記数化性券囲気として、券 囲気中に水蒸気を含有させることが有利である。 その理由は前配券囲気中に水蒸気を含有させることによって炭化珪素の酸化を促進することができ、 比較的低温でも効率的に絶縁性被膜を形成することができるからである。

次に本発明を実施例について説明する。

#### 実施例1

以化母素焼結体はホウ素を 1.0 重量多、遊離炭素を 2.0 重量多含有し、 3.1 g/cm² の密度を有する無加圧焼結体であって、 50×20×2mmの薄板状のものをあらかじめポリッシング加工し、最終的に # 200 砥石で表面仕上げしたものを使用した。

前配炭化珪素焼結体を、塩化カルシウム 2.0 9 をアルミナゲル 1 重量 3 水裕 校 100 m2 に 裕解させ た職構 液中に 及渡した後、乾燥器中に 終入し 110

確認された。

# 夹加例 2

実施例1と同様の方法であるが、酸化処理時の 酸化性ガスとして水蒸気と酸素とを径ぼ1:1の 比率で混合させたガスを使用して炭化珪素焼結体 炎耐に実施例1と同様にして酸化物被膜を形成した。

得られた酸化物被膜の膜厚は約5 μm であり、 実施例1で得たものと間様に欠陥の殆どない極め て平滑な表面性状を有していた。なお、酸化物被 腰の特性は実施例1と間様の方法で測定し、第1 表に示した。

## 突然例 3

製施例 1 とほぼ同様の方法であるが、酸化処理 時の温度 および時間を変化させて酸化物被膜を形成した。

得られた酸化物被験の性状をよび特性は実施例 」と同様の方法で測定し、第1次に示した。

### 実施例4.

実施例1と回様の方法であるが、第1表に示し

でで1時間乾燥した。前記以化珪素焼結体の表面には酸化アルミニウムに換算して約 0.13 mg/cm²のアルミナゲルと酸化カルシウムに換算して約 0.25 mg/cm² の塩化カルシウムが存在していた。

次いで前記炭化珪素焼結体を内径が 40 m の 管 状炉に装入し酸化処理を行なった。前記酸化処理 は酸素ガスを 1.8/m の割合で管状炉中へ装入し、 1400 C で 3 時間行なった。

得られた酸化物被膜は透明なガラス状で、その 膜厚は約3 Am であり、ピンホール、マイクロク ラック等の欠陥も殆ど観察されず、平滑な製面性 状を有していた。

前記載化物被膜を有する炭化珪素機動体の絶線 抵抗は印加電圧  $100~V~r~3 \times 10^{12}~\Omega$  であり、また 耐電圧は 1.7~KV であった。 前記絶縁抵抗は JIS -C-5012-7.3~K、 耐電圧は <math>JIS-C-2110 1.6.3~K 基づいて制定した。

なお、この象化物被膜の AL2O2/SiO2モル比 は
0.27 であり、 X 線回折測定を行なったところ、
若干クリストパライト結晶を含有していることが

た融点降下削あるいは振加剤を溶解しているアルミナゲル水溶液を使用して酸化物被膜を得た。

乾燥後の炭化珪素焼結体の表面に存在する各物質量の酸化物に換算した値かよび酸化処理して得られた酸化物被膜の特性は実施例1と同様の方法で測定し、第1表に示した。

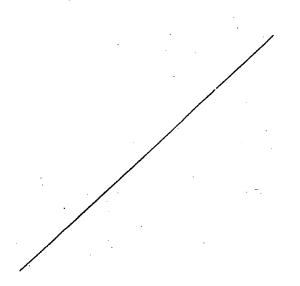
#### 比較例1.

実施例1と同様にして表面仕上げをした炭化症 素焼給体を実施例1で使用した管状炉に装入し、 実施例1と同様の条件で酸化処理を行なった。

得られた酸化物被膜は白色の不透明なものであり、絶数抵抗は実施例 1 と同様にして測定したととう  $2\times 10^7\Omega$  と 基板材料としては極めて不適当であった。

なお、この酸化物被膜のX線回折測定を行たったところ、ほとんどがクリストパライト結晶であることが確認された。

以上述べた如く、本発明によれば、高い熱伝導 率を有し、しかも熱膨張率が通常集積回路として 使用されるシリコンチップとほぼ同じの高集積回 めて優れた基板を供給でき、産業上に寄与する効 果は極めて大きい。



		アルミニウ	▲含有物	融点降下剤		その他添加剤		酸化処理条件		<b>静緑性被膜物性</b>			
		秋 剱	酸化物换 算塗布量 (mg/cm²)	種類	酸化物换 算激布量 (mg/cm²)	積類	酸化物换 算菌布量 (mg/cm²)	VOL PEC	時間 (hr)	AL2U3/SiO2 モル比	陈 厚 (元和)	絶縁抵抗値 (Ω)	耐電圧 (KV)
实施例	1	・ナルミナダル	0.13	CaC£2	0.25		-	1400	3	0. 27	3	3×10 <sup>12</sup>	1.7
实施例	2	*	"	"	"	_	T -	1400	3	0.15	5	5×10 <sup>12</sup>	3. 0
实施例	3-1		~	"	,,	_	_	1100	10	0.49	1. 5	3×1010	0.8
		,,	"	"	"	_		1550	2	0.11	6	6×10 <sup>11</sup>	1. 3
	3-3	,,	~	"	"	_		1400	1	0.34	2	1×10 <sup>12</sup>	1. 2
安施例	4-1	,,	,,,	MgCL2	0.36	_		1400	3	0. 27	2. 5	8×10 <sup>11</sup>	1. 5
		·	† · "	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.19	_		1400	3	0.27	3.5	6×10 <sup>11</sup>	1. 4
	4-3	.,,				ZnC42	0.30	1400	3	0. 26	4.0	4×10 <sup>18</sup>	2. 3
比較例		_	_		_		_	1400	3	_	1	2×10 <sup>7</sup>	T -

東 但し、絶縁抵抗値は印加電圧 100 V の場合である。

# 昭 63. 2. 15 然行

# 手統補正数

昭和62年9月17日

特許庁長官 小川 邦 夫 段

- . 事件の表示 昭和56年特許願第209991号
- 2. 発明の名称 炭化珪素質基板およびその製造方法
- 3. 補正をする者

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

いては特許法第17条の2の規定による補正があっ

58-1306

識別記号

号 (特開 昭

号掲載) につ

庁内整理番号

C-7738-5F

L-6736-5F

8 月

昭和 56 年特許願第

発行

58-130546 号, 昭和 58 年

公開特許公報

たので下記のとおり掲載する。

H01L 23/14

1/03

Int.Cl.

H 0 5 K

特許出願人との関係 本人

住 所 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

名称 イビデン株式会社

4. 代理人 〒104

住 所 東京都中央区銀座2丁目8番9号 木挽館銀座ビル6階

氏 名 (8068)弁理士

)弁理士 小川順三(

政

同所氏名 (7168)弁理士 村 田

5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の間

- 6. 補正の内容
  - (i) 明細書第9頁第6行目の「雰囲気中」を「基板の 表面」に訂正する。

